

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

#2

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 13 MAY 2003

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 15 294.2

**Anmeldetag:** 8. April 2002

**Anmelder/Inhaber:** Bayer CropScience AG, Monheim, Rheinl/DE

Erstanmelder: Bayer Aktiengesellschaft,  
Leverkusen/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zur Herstellung von 2,4,5-  
Trimethylphenyllessigsäure

**IPC:** C 07 C 49/80

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 12. Februar 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident

Im Auftrag

Rest Available Copy

Hotß

### Verfahren zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylessigsäure

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylessigsäure.

2,4,5-Trimethylphenylessigsäure ist eine schon lange bekannte Verbindung (beispielsweise aus: J. prakt. Chem. 80 (1909) 193; J. Amer. Chem. Soc. 58 (1936) 629-35). Die Herstellung kann beispielsweise ausgehend von 2,4,5-Trimethylphenylacetophenon durch eine Willgerodt-Kindler-Reaktion erfolgen. Bei dieser Methode fallen jedoch große Mengen schwefelhaltiger Abfälle an. Außerdem können stark geruchsbelästigende leichtflüchtige Schwefelverbindungen auftreten.

Eine weitere Methode geht von 2,4,5-Trimethylbenzylbromid aus. Man stellt daraus z.B. mit Natriumcyanid das entsprechende Nitril her, welches anschließend verseift wird (J. Amer. Chem. Soc. 58 (1936) 629-35; DE-A 19 602 524). Dieses Nitril lässt sich auch durch Umsetzung von Durol (1,2,4,5-Tetramethylbenzol) mit Chlorcyan bei über 600°C erhalten (DE-A 2 854 210); hierbei ist jedoch die hohe Giftigkeit von Chlorcyan nachteilig. Das benötigte 2,4,5-Trimethylbenzylbromid wiederum kann durch Bromierung von Durol mit N-Brom-succinimid hergestellt werden (siehe beispielsweise J. Amer. Chem. Soc. 92 (1970) 994-8). Hierbei ist allerdings nachteilig, dass solche Bromierungen erfahrungsgemäß auch zu mehrfach bromierten Produkten führen, so dass aufwendige Reinigungsschritte notwendig werden.

Eine weitere bekannt gewordene Möglichkeit besteht darin, von 2,4,5-Trimethylbenzylchlorid auszugehen, daraus das Nitril herzustellen (J. Amer. Chem. Soc. 58 (1936) 629-35; J. Org. Chem. 33 (1968) 2338-42) und dieses dann zu verseifen. 2,4,5-Trimethylbenzylchlorid ist bekannt und kann durch Chlormethylierung von Pseudocumol (1,2,4-Trimethylbenzol) hergestellt werden. Hierbei ist jedoch als ausgesprochen ungünstig anzusehen, dass die Chlormethylierung nur mit unbe-

friedigender Selektivität erfolgt. Es werden Selektivitäten von etwa 75-85 % beschrieben (J. Org. Chem. 24 (1959) 1823-5; US 3,658,923). Außerdem ist die Chlormethylierung wegen der Möglichkeit, dass dabei der hochtoxische Bis-chlor-methyl-ether auftritt, eine nur mit hohem technischen Aufwand durchführbare Methode.

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure besteht schließlich darin, zunächst Pseudocumol mit Glyoxylsäure zur 2,4,5-Trimethylmandelsäure umzusetzen (Atti Accad., Lettere Arti Palermo, Pt. I 24 (1965) 19-33) und diese dann zur 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure zu reduzieren (J. Amer. Chem. Soc. 58 (1936) 629-35). Die Herstellung der 2,4,5-Trimethylmandelsäure nach dem genannten Verfahren hat jedoch den Nachteil, dass unter den üblichen Reaktionsbedingungen die bereits entstandene 2,4,5-Trimethylmandelsäure mit weiterem Pseudocumol reagiert und so erhebliche Anteile an 2,2',4,4',5,5'-Hexamethyldiphenylelessigsäure entstehen (Atti Accad., Lettere Arti Palermo, Pt. I 24 (1965) 19-33), die natürlich die Ausbeute verringern und zusätzliche Reinigungsschritte notwendig machen.

Alle bisher bekannt gewordenen Methoden zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure weisen demnach z.T. erhebliche Mängel und Nachteile auf, die die Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure erschweren. Da Phenylelessigsäuren, und unter ihnen auch die 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure, wichtige Vorprodukte beispielsweise für Wirkstoffe im Pflanzenschutz sind (vgl. WO 97/36868), besteht Bedarf an einer technisch einfachen Methode zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure.

Es wurde nun gefunden, dass man 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure überraschenderweise in hoher Ausbeute und Isomerenreinheit erhält, indem man zunächst Pseudocumol mit Dichloracetylchlorid in einer Friedel-Crafts-Reaktion zu 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon umsetzt, aus diesem mittels einem Alkalimetall-

hydroxid die 2,4,5-Trimethylmandelsäure herstellt und diese dann schließlich zur 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure reduziert.

5 Die Herstellung von Mandelsäuren durch Umsetzung von Dihalogen-acetophenonen mit einem Alkalihydroxid ist eine bekannte Methode (siehe beispielsweise: Org. Syntheses 35 (1955) 11-14). Ebenfalls ist bereits bekannt, 2,4,5-Trimethylphenyl-ethanon (Acetyl-pseudocumol) bzw. 2-Chlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon (Chloracetyl-pseudocumol) zu bromieren, so 2,2-Dibrom-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon bzw. 2-Brom-2-chlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon zu erhalten und  
10 diese dann mit wässriger Kaliumhydroxidlösung zur 2,4,5-Trimethylmandelsäure umzusetzen (J. Amer. Chem. Soc. 57 (1935) 1562-4). Diese Methode hat jedoch den Nachteil, zweistufig und aufwendig zu sein.

15 Dichlorierten Acetophenone lassen sich in einem ebenfalls zweistufigen Verfahren durch Friedel-Crafts-Acylierung des entsprechenden Aromaten mit Acetylchlorid und anschließende Chlorierung herstellen.

Vorteilhafter ist es jedoch, in einer einstufigen Verfahrensweise den betreffenden Aromaten direkt mit Dichloracetylchlorid in einer Friedel-Crafts-Acylierung zum  
20 dichlorierten Acetophenon umzusetzen.

Während 2,4,5-Trimethylphenyl-ethanon (J. prakt. Chemie <2> 41 (1890) 509; J. Amer. Chem. Soc. 52 (1930) 2959-72) und 2-Chlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon (J. Amer. Chem. Soc. 57 (1935) 1562) bereits seit langem bekannt sind,  
25 wurde das zur Herstellung der 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure nach dem erfindungsgemäßen Verfahren benötigte 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon bisher jedoch nicht beschrieben.

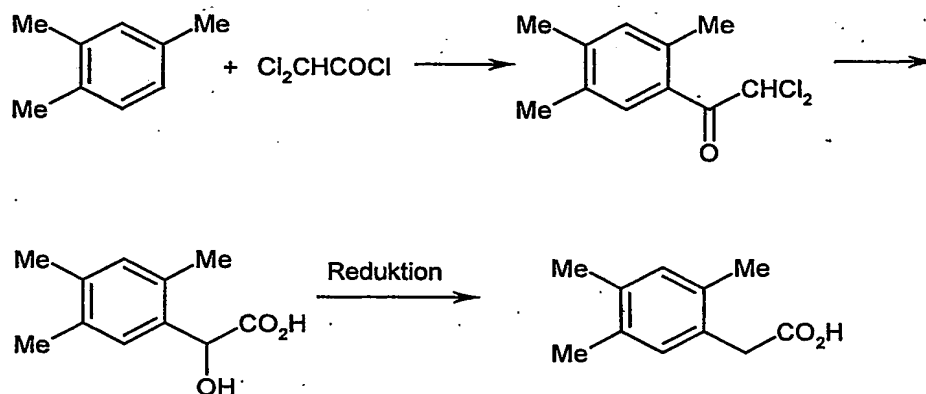
Die Umsetzung von Pseudocumol mit Acetylchlorid unter Friedel-Crafts-Bedingungen liefert 2,4,5-Trimethylphenyl-ethanon in hoher Selektivität (s. Vergleichs-  
30

beispiel 1). Die entsprechende Umsetzung mit Chloracetylchlorid ist dagegen deutlich weniger selektiv (s. Vergleichsbeispiel 2 ).

5 Es war daher nicht von vornherein zu erwarten, dass bei der Friedel-Crafts-Reaktion von Pseudocumol mit Dichloracetylchlorid das 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon in genügend hoher Isomerenreinheit zu erhalten sein würde.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann durch folgendes Schema veranschaulicht werden:

10



Ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach die neue Verbindung 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon.

15

Überraschenderweise kann nach dem erfindungsgemäßen Verfahren die 2,4,5-Tri-methylphenylelessigsäure auf einfachere Weise, in besserer Selektivität und in besserer Ausbeute als nach den früher bekannt gewordenen Verfahren hergestellt werden.

20

Die Herstellung von 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon nach dem ersten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt durch Umsetzung von Pseudo-cumol mit Dichloracetylchlorid in Gegenwart eines Friedel-Crafts-Katalysators.

Als Friedel-Crafts-Katalysatoren nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können beispielsweise Aluminiumchlorid, Eisen(III)-chlorid, Zinntetrachlorid oder Zeolithe eingesetzt werden. Bevorzugt wird als Friedel-Crafts-Katalysator Aluminiumchlorid eingesetzt.

5

Die Menge an nach dem erfindungsgemäßen Verfahren einzusetzendem Friedel-Crafts-Katalysator ist nicht kritisch. So können beispielsweise 0,8 bis 1,2 Mol Katalysator pro Dichloracetylchlorid eingesetzt werden. Bevorzugt sind 0,9 bis 1,1 Mol Dichloracetylchlorid pro Mol Dichloracetylchlorid.

10

Als Lösungsmittel für die Friedel-Crafts-Reaktion werden nach dem erfindungsgemäßen Verfahren weitgehend inerte Lösungsmittel wie beispielsweise Nitrobenzol, Schwefelkohlenstoff, Methylenchlorid, 1,2-Dichlorethan oder Pseudocumol selbst eingesetzt. Bevorzugt sind Schwefelkohlenstoff, 1,2-Dichlorethan und Pseudocumol. Besonders bevorzugt ist Pseudocumol.

15

Die Menge an nach dem erfindungsgemäßen Verfahren einzusetzendem Dichloracetylchlorid ist nicht kritisch und kann in weiten Grenzen variiert werden. Bei Verwendung eines Lösungsmittels kann man beispielsweise 0,8 bis 1,2 Mol Dichloracetylchlorid pro Mol Pseudocumol einsetzen. Bevorzugt sind 0,9 bis 1,1 Mol Dichloracetylchlorid pro Mol Pseudocumol.

20

Verwendet man einen Überschuss an Pseudocumol als Lösungsmittel, wird das Verhältnis von Dichloracetylchlorid zu Pseudocumol naturgemäß deutlich kleiner sein.

25

Der erste Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens kann bei Temperaturen zwischen -20 und +60°C durchgeführt werden. Bevorzugt sind Temperaturen zwischen -10 und +30°C.

Die Reaktionszeiten des ersten Schritts des erfindungsgemäßen Verfahrens betragen zwischen 1 und 24 Stunden.

5 Als Alkalihydroxid im zweiten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens kann beispielsweise NaOH, KOH und CsOH eingesetzt werden. Bevorzugt sind NaOH und KOH; besonders bevorzugt ist NaOH.

10 Die Menge an Alkalihydroxid beträgt 3 bis 7 Mol pro Mol 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon. Bevorzugt werden 4 bis 6 Mol pro Mol 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon eingesetzt.

Als Lösungsmittel des zweiten Schrittes des erfindungsgemäßen Verfahrens wird Wasser verwendet.

15 Der zweite Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens kann bei Temperaturen zwischen -20 und +120°C durchgeführt werden. Bevorzugt sind Temperaturen zwischen +20 und +110°C.

20 Die Reaktionszeiten des zweiten Schritts des erfindungsgemäßen Verfahrens betragen zwischen 1 und 24 Stunden.

Die Reduktion der 2,4,5-Trimethylmandelsäure im dritten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens kann nach verschiedenen grundsätzlich bekannten Methoden zur Reduktion von Mandelsäuren durchgeführt werden, so beispielsweise mittels  
25 Wasserstoff an geeigneten Katalysatoren, oder mittels rotem Phosphor. Bevorzugt wird die Reduktion mit rotem Phosphor durchgeführt.

Die Reduktion durch roten Phosphor erfolgt in Gegenwart katalytischer Mengen Jodid, eines Lösungsmittels und einer starken Säure.

Der rote Phosphor wird im dritten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens in Mengen von 0,67 bis 3 Mol pro Mol 2,4,5-Trimethylmandelsäure eingesetzt. Bevorzugt sind 1 bis 2 Mol pro Mol 2,4,5-Trimethylmandelsäure. Überschüsse an rotem Phosphor können zurückgewonnen und wiederverwendet werden.

5

Als Jodidquelle wird im dritten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens Jodwasserstoff, KJ oder NaJ verwendet. Grundsätzlich kann auch Jod eingesetzt werden. Bevorzugt wird NaJ oder KJ verwendet.

10

Die Menge an Jodid beträgt 1 bis 30 Molprozent (bezogen auf 2,4,5-Trimethylmandelsäure); bevorzugt werden 5 bis 20 Molprozent eingesetzt.

15

Als Lösungsmittel im dritten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens kommen Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure usw., Gemische dieser Lösungsmittel, oder 70 bis 85 %ige wässrige Phosphorsäure in Frage. Bevorzugt sind 70 bis 85 %ige wässrige Phosphorsäure und Essigsäure; besonders bevorzugt ist Essigsäure.

20

Als starke Säure wird im dritten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens konz. Schwefelsäure, konz. Salzsäure oder 80 bis 85 %ige wässrige Phosphorsäure eingesetzt. Bevorzugt sind konz. Schwefelsäure und konz. Salzsäure. Besonders bevorzugt ist konz. Salzsäure.

25

Wenn als Lösungsmittel 80 bis 85%ige wässrige Phosphorsäure verwendet wird, kann auf den Zusatz einer weiteren Säure naturgemäß verzichtet werden.

Der dritte Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens kann bei Temperaturen zwischen +20 und +120°C durchgeführt werden. Bevorzugt sind Temperaturen zwischen +60 und +110°C.



Die Reaktionszeiten des dritten Schritts des erfindungsgemäßen Verfahrens betragen zwischen 1 und 24 Stunden.

Die Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenyllessigsäure nach dem erfindungsgemäßen  
5 Verfahren soll durch die folgenden Herstellungsbeispiele erläutert werden:

## Herstellungsbeispiele

### Beispiel 1: 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon

5 Bei 0-5°C werden in eine Mischung aus 333 g Pseudocumol und 147,7 g Dichlor-  
acetylchlorid 146,6 g  $\text{AlCl}_3$  innerhalb von 2-3 Stunden portionsweise eingetragen.  
Man rührt danach noch 2 Stunden bei 0-5°C und lässt auf Raumtemperatur kommen.  
Das Reaktionsgemisch wird in 3300 ml Eiswasser mit 66,7 g konz. Salzsäure  
10 eingerührt. Man extrahiert mit einmal 350 ml und zweimal je 500 ml Essigester. Die  
vereinigten organischen Phasen werden mit zuerst 165 ml Wasser und dann 85 ml  
gesättigter wässriger NaCl-Lösung ausgeschüttelt, getrocknet und eingengt (bis  
70°C Badt. / 1 mbar). Man erhält 236,1 g Öl, das nach GC 85,57 % Zielprodukt (ZP)  
enthält = 202,0 g = 87,4 % der Theorie. Des weiteren sind enthalten: 2,8 % Pseudo-  
cumol; 2,6 % Tetramethylbenzol; 0,57 % isomeres ZP; 2,27 % isomeres ZP; 0,55 %  
15 isomeres ZP; 0,72 % isomeres ZP; 1,21 % isomeres ZP. Damit beträgt die Summe an  
Isomeren des Zielproduktes 5,32 %; d.h. das Verhältnis ZP zu Isomeren beträgt ca.  
94 : 6.

$^1\text{H-NMR}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  = 2,29 (s; 6H), 2,48 (s; 3H), 6,71 (s., 1H), 7,09 (s;  
1H), 7,50 (s; 1H) ppm.

20 MS:  $m/e$  = 230 ( $\text{M}^+$  für  $^{35}\text{Cl}$ ; ca. 2% rel. Intensität), 147 ( $\text{M-CHCl}_2$ ; 100%), 119  
( $\text{Me}_3\text{Ph}$ ; 28%).

### Beispiel 2: 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon

25 Bei 0-5°C werden in eine Lösung von 28,3 g Pseudocumol und 14,8 g Dichlor-  
acetylchlorid in 100 ml Schwefelkohlenstoff 14,7 g  $\text{AlCl}_3$  innerhalb einer Stunde  
portionsweise eingetragen. Man rührt danach noch 2 Stunden bei 0-5°C, lässt auf  
Raumtemperatur kommen und rührt weitere 2 Stunden. Zum Reaktionsgemisch  
werden 50 ml 2 N Salzsäure getropft. Man extrahiert mit einmal 50 ml und zweimal  
30 je 25 ml Essigester. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 50 ml gesättigter

wässriger NaCl-Lösung ausgeschüttelt, getrocknet und eingeeengt (bis 50°C Badt. / 1 mbar).

5 Man erhält 29,51 g Öl, das nach GC 61,49 % Zielprodukt (ZP) enthält = 18,1 g = 78,3 % der Theorie. Des weiteren sind enthalten: 28,9 % Pseudocumol; 3,2 % Tetramethylbenzol; 0,47 % isomeres ZP; 1,58 % isomeres ZP; 0,40 % isomeres ZP; 0,55 % isomeres ZP; 0,82 % isomeres ZP. Damit beträgt die Summe an Isomeren des Zielproduktes 3,82 %; d.h. das Verhältnis ZP zu Isomeren beträgt ca. 94 : 6.

#### 10 Beispiel 3: 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon

Es wird vorgegangen wie in Beispiel 2, mit dem Unterschied, dass in 1,2-Dichlor-ethan als Lösungsmittel gearbeitet wird.

15 Man erhält 28,87 g Öl, das nach GC 59,15 % Zielprodukt (ZP) enthält = 17,1 g = 74 % der Theorie. Des weiteren sind enthalten: 19,4 % Pseudocumol; 5,6 % Tetramethylbenzol; 0,96 % isomeres ZP; 2,71 % isomeres ZP; 0,42 % isomeres ZP; 0,52 % isomeres ZP; 0,90 % isomeres ZP. Damit beträgt die Summe an Isomeren des Zielproduktes 5,51 %; d.h. das Verhältnis ZP zu Isomeren beträgt ca. 91,5 : 8,5.

20

#### Beispiel 4: 2,4,5-Trimethylmandelsäure

222 g 45 %ige Natronlauge und 400 ml Wasser werden vorgelegt und zum Rückfluss erhitzt. Innerhalb von ca. 90 Minuten werden 115,6 g 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon zugetropft. Anschließend kocht man noch eine  
25 weitere Stunde, versetzt dann das Reaktionsgemisch bei 45°C mit 400 ml Wasser und bei Raumtemperatur mit 400 ml MTBE, trennt die Phasen, schüttelt die wässrige Phase nochmals mit 300 ml MTBE aus, stellt sie dann mit Schwefelsäure sauer und saugt den ausgefallenen Feststoff ab. Dieser wird dreimal mit je 50 ml Wasser

gewaschen und dann getrocknet. Man erhält 102,4 g weißen Feststoff, der laut GC 91,9 % Zielprodukt enthält = 94,1 g = 96,9 % der Theorie.

#### Beispiel 5: 2,4,5-Trimethylphenylessigsäure

5

10

15

Eine Mischung aus 69,9 g 2,4,5-Trimethylmandelsäure, 38,3 g 36 %ige Salzsäure, 11,2 g rotem Phosphor und 6 g KJ in 270 ml Eisessig wird 16 Stunden auf 100°C erhitzt. Anschließend wird bei Raumtemperatur mit 150 ml Eisessig verdünnt. Der Überschuss an Phosphor wird abgesaugt und mit dreimal 50 ml Eisessig gewaschen. Das Filtrat wird mit 150 ml Wasser versetzt und die Essigsäure bei 50°C Badt. / 60 mbar weitgehend abrotiert. Die verbleibende Suspension wird mit 5 ml 20 %iger Schwefelsäure auf pH 1 gestellt und der Feststoff abgesaugt. Der Feststoff wird dreimal mit je 180 ml Wasser gewaschen, wobei dieses Wasser zum ersten Filtrat kommt. Dadurch fällt nochmals Feststoff aus, der über den schon vorhandenen Filterkuchen abgesaugt wird. Man wäscht nochmals mit 100 ml Wasser und trocknet bis zur Gewichtskonstanz. Es resultieren 64,46 g weißer Feststoff, der nach GC 95,8 % Zielprodukt enthält = 61,7 g = 96,2 % d.Th.

#### Vergleichsbeispiele

20

#### Vergleichsbeispiel 1: 2,4,5-Trimethylphenyl-ethanon

25

30

Bei 0-5°C werden in eine Mischung aus 60 g Pseudocumol und 7,85 g Acetylchlorid 14,7 g  $\text{AlCl}_3$  innerhalb von 1-2 Stunden portionsweise eingetragen. Man rührt danach noch 2 Stunden bei 0-5°C und lässt auf Raumtemperatur kommen. Das Reaktionsgemisch wird in 340 ml Eiswasser mit 7 g konz. Salzsäure eingerührt. Man extrahiert mit einmal 35 ml und zweimal je 50 ml Essigester. Die vereinigten organischen Phasen werden mit zuerst 20 ml Wasser und dann 10 ml gesättigter wässriger NaCl-Lösung ausgeschüttelt, getrocknet und eingeeengt (bis 70°C Badt. / 1 mbar).

Man erhält 14,44 g Öl, das nach GC 89,82 % Zielprodukt (ZP) enthält = 12,97 g = 80,0 % der Theorie. Des weiteren sind enthalten: 2,9 % Pseudocumol; 0,5 % Tetramethylbenzol; 0,4 % isomeres ZP; 1,28 % isomeres ZP; 0,49 % isomeres ZP; 0,30 % isomeres ZP; 0,62 % isomeres ZP. Damit beträgt die Summe an Isomeren des Zielproduktes 3,09 %; d.h. das Verhältnis ZP zu Isomeren beträgt ca. 97 : 3.

**Vergleichsbeispiel 2: 2-Chlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon**

Bei 0-5°C werden in eine Mischung aus 170 g Pseudocumol und 67,7 g Chloracetylchlorid 88 g  $\text{AlCl}_3$  innerhalb von 2-3 Stunden portionsweise eingetragen. Man rührt danach noch 2 Stunden bei 0-5°C und lässt auf Raumtemperatur kommen. Das Reaktionsgemisch wird in 1000 ml Eiswasser mit 20 g konz. Salzsäure eingerührt. Man extrahiert mit einmal 100 ml und zweimal je 75 ml Essigester. Die vereinigten organischen Phasen werden mit zuerst 100 ml Wasser und dann 50 ml gesättigter wässriger NaCl-Lösung ausgeschüttelt, getrocknet und eingeengt (bis 70°C Badt. / 1 mbar). Man erhält 125,77 g Öl, das nach GC 65,2 % Zielprodukt (ZP) enthält = 82,0 g = 69,5 % der Theorie. Des weiteren sind enthalten: 6,8 % Pseudocumol; 1,8 % Tetramethylbenzol; 16,7 % isomeres ZP; 8,0 % isomeres ZP. Damit beträgt die Summe an Isomeren des Zielproduktes 24,7 %; d.h. das Verhältnis ZP zu Isomeren beträgt ca. 72,5 : 27,5.

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylessigsäure dadurch gekennzeichnet, dass man Pseudocumol mit Dichloracetylchlorid in einer  
5 Friedel-Crafts-Reaktion zu 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon umsetzt, aus diesem mittels einem Alkalimetallhydroxid die 2,4,5-Trimethylmandelsäure herstellt und diese zur 2,4,5-Trimethylphenylessigsäure reduziert.
- 10 2. 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon.

Verfahren zur Herstellung von 2,4,5 -Trimethylphenylelessigsäure

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Herstellung von 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure, bei dem man Pseudocumol mit Dichloracetylchlorid in einer Friedel-Crafts-Reaktion zu 2,2-Dichlor-1-(2,4,5-trimethylphenyl)-ethanon umsetzt, aus diesem mittels einem Alkalimetallhydroxid die 2,4,5-Trimethylmandelsäure herstellt und diese zur 2,4,5-Trimethylphenylelessigsäure reduziert.

5

10

15

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**